

Erteilt auf Grund des Ersten Überleitungsgesetzes vom 8. Juli 1949

(WiGBL S. 175)

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



AUSGEGEBEN AM
18. FEBRUAR 1954

DEUTSCHES PATENTAMT

PATENTSCHRIFT

Nr. 904 529

KLASSE 12 o GRUPPE 25

F 2311 IV c / 12 o

Dr. Gustav von Schuckmann, Krefeld
ist als Erfinder genannt worden

Farbenfabriken Bayer Aktiengesellschaft, Leverkusen

Verwendung eines Nickel, Chromoxyd und Aluminiumoxyd enthaltenden Hydrierungskatalysators

Zusatz zum Patent 889 591

Patentiert im Gebiet der Bundesrepublik Deutschland vom 7. August 1942 an

Der Zeitraum vom 8. Mai 1945 bis einschließlich 7. Mai 1950 wird auf die Patentdauer nicht angerechnet

(Ges. v. 15. 7. 51)

Das Hauptpatent hat angefangen am 20. März 1942

Patentanmeldung bekanntgemacht am 26. Februar 1953

Patenterteilung bekanntgemacht am 7. Januar 1954

Gegenstand des Patents 889 591 ist ein Hydrierungskatalysator aus Nickel mit einem Gehalt an Chromoxyd von etwa 5 bis etwa 25 % und einem Gehalt an Aluminiumoxyd von etwa 5 bis etwa 18 %, der insbesondere zur Hydrierung aromatischer Kohlenwasserstoffe geeignet ist.

Es wurde nun gefunden, daß dieser Katalysator auch für die Hydrierung anderer organischer Verbindungen, insbesondere in der Gasphase, von überraschend hoher Wirksamkeit ist. Mit Hilfe dieses Katalysators gelingt es je nach den durch einfachen Versuch leicht feststellbaren Arbeitsbedingungen in glatter Weise zumeist ohne Druckanwendung z. B. aromatische oder aliphatische

Alkohole, Aldehyde, Ketone, Carbonsäuren oder deren Ester, Phenole, stickstoffhaltige Verbindungen, wie Amine, Cyanide, Olefine, in deren teilweise oder vollständig hydrierte Abkömmlinge umzuwandeln.

Ebenso wie bei dem Verfahren des Patents 889 591 liegt auch bei dem Verfahren dieser Erfindung die günstigste Reaktionstemperatur im allgemeinen zwischen 100 und 200°.

Beispiel 1

Leitet man über 1 l = 250 g des nach Beispiel 1 des Patents 889 591 hergestellten Katalysators bei 120° stündlich ein Gemisch von 1 kg Phenol und

der 6,5fach molaren Menge Wasserstoff, so wird das Phenol zu 98% zu Cyclohexanol hydriert.

Beispiel 2

5 0,6 kg Anilin werden stündlich im Gemisch mit der 3,2fach molaren Menge Wasserstoff bei 180° über 1 l Kontaktraum geleitet. Man erhält ein Hydrierungsgemisch, das aus 70% Dicyclohexylamin, 20% Cyclohexylamin und 10% Cyclohexylanilin besteht.

Beispiel 3

15 Leitet man stündlich ein Gemisch von 0,4 kg Benzoesäureäthylester mit der 3,5fach molaren Menge Wasserstoff über 1 l Kontaktraum, so tritt quantitative Kernhydrierung zum Hexahydrobenzoesäureäthylester ein.

Beispiel 4

20 Wird bei 180 bis 190° ein Gemisch aus 1 kg Acetophenon mit der 2,5fach molaren Menge Wasserstoff stündlich über 1 l Kontaktraum geleitet, so erhält man Äthylbenzol in einer Ausbeute von 95%.

25 Der Rest des Reaktionsgemisches besteht aus unverändertem Keton sowie Carbinol. Diese Verbindungen können nach Abtrennen von dem Äthylbenzol erneut dem Katalysator zur Hydrierung zugeleitet werden.

Beispiel 5

30 Leitet man bei 180° stündlich über 1 l Kontaktraum ein Gemisch von 2,5 kg Benzophenon mit der 2,4fach molaren Menge Wasserstoff, so erhält man Diphenylmethan in einer Ausbeute von 95%.

Beispiel 6

40 1,2 kg Benzaldehyd liefern im Gemisch mit der 2,5fach molaren Menge Wasserstoff bei 180° stünd-

lich über 1 l Kontaktraum geleitet, Toluol in einer Ausbeute von 97%.

Beispiel 7

45 Werden 0,7 kg Benzylcyanid im Gemisch mit der 3,5fach molaren Menge Wasserstoff bei 200° stündlich über 1 l Kontaktraum geleitet, so entsteht unter Ammoniakabspaltung Äthylbenzol in einer Ausbeute von 60%.

Beispiel 8

Über 1 l des Katalysators leitet man bei normalem Druck bei 120° Ofentemperatur in geradem Durchgang ein Gasgemisch, das auf 1 Mol Phenoldampf 7 bis 8 Mol Inertgas haltigen Wasserstoff mit einem Gehalt von 41% Wasserstoff, 43% Methan und 16% Stickstoff enthält. Die Dampfgeschwindigkeit wird so eingestellt, daß stündlich 190 g Phenol über den Katalysator strömen, was einer Kontaktbelastung von 0,19 entspricht. Man erhält ein Hydrierungsprodukt, das zu 85% aus Cyclohexanol, 10,5% Cyclohexanon, 3,2% Phenol und 1,3% Rückstand besteht. Das Restgas enthält keinen Wasserstoff mehr und besteht nur noch aus Methan und Stickstoff.

65 Senkt man bei diesem Versuch die Katalysatorbelastung auf 0,12, so erhält man ein Hydrierungsgemisch, das zu 96% aus Cyclohexanol, 2,1% Cyclohexanon, 1,4% Phenol und 0,5% Rückstand besteht. Das Restgas enthält dann noch 3,5% Wasserstoff neben Methan und Stickstoff.

PATENTANSPRUCH:

Verwendung eines Nickel, etwa 5 bis etwa 25% Chromoxyd und etwa 5 bis etwa 18% Aluminiumoxyd enthaltenden Hydrierungskatalysators nach Patent 889 591 zur Hydrierung organischer Verbindungen, mit Ausnahme aromatischer Kohlenwasserstoffe.